

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-313990

(43)Date of publication of application : 08.11.1994

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

B02C 19/06

B02C 21/00

B07B 7/08

(21)Application number : 05-123127

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 28.04.1993

(72)Inventor : MITSUMURA SATOSHI
MIYANO KAZUYUKI
GOKA YOUKO
KANDA HITOSHI

(54) PRODUCTION OF ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the production method which obtains the toner having a sharp grain size distribution in high pulverizing efficiency and in high classification yield and effectively obtains the electrostatic charge image developing toner which forms good picture.

CONSTITUTION: In the production method for the electrostatic charge image developing toner, the classification point of a multistage fine powder classification means satisfies the following condition, (1) formula $0 < A_1 \dots A_{n-1} < 5.0$, (2) formula $1.5 < A_n < 7.0$, (3) formula $A_1 < \dots < A_{n-1} < A_n$, (4) formula $2 \leq n \leq 5$, and the medium powder collected to a multistage fine powder classification stage has 3-8 μ m weight average grain size D₄ and the coefficient of variation of number distribution satisfies the following condition, (5) formula $20 \leq B \leq 40$.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

11.12.1998

[Patent number]

3176757

[Date of registration]

06.04.2001

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-313990

(43) 公開日 平成6年(1994)11月8日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 3 G 9/087				
B 0 2 C 19/06		B 7112-4D		
21/00		D 7112-4D		
B 0 7 B 7/08				

G 0 3 G 9/ 08 3 8 1
審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 21 頁)

(21) 出願番号 特願平5-123127

(22) 出願日 平成5年(1993)4月28日

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 三ッ村 聡

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(72) 発明者 宮野 和幸

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(72) 発明者 五箇 洋子

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 吉田 勝広 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナーの製造方法

(57) 【要約】

【目的】 シャープな粒度分布のトナーが高い粉碎効率及び高い分級収率で得られ、良好な画像を形成する静電荷像現像用トナーを効果的に提供すること。

【構成】 静電荷像現像用トナーの製造方法において、多段微粉分級手段の分級点Aが下記条件

(1) 式 $1. 0 < A_1 \cdots A_{n-1} < 5. 0$

(2) 式 $1. 5 < A_n < 7. 0$

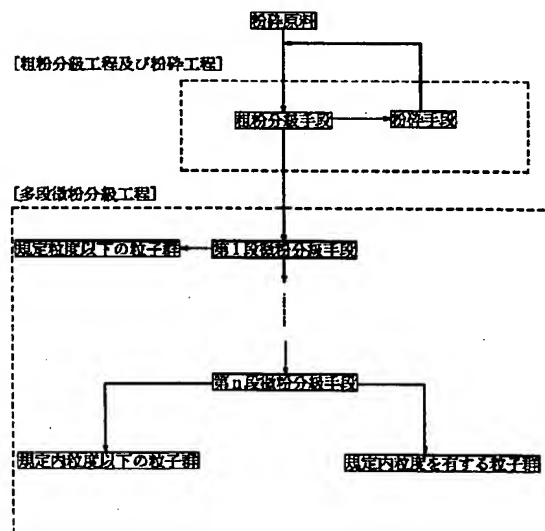
(3) 式 $A_1 < \cdots < A_{n-1} < A_n$

(4) 式 $2 \leq n \leq 5$

を満足し、且つ多段微粉分級工程に捕集された中粉体は、重量平均径 D_4 が $3 \sim 8 \mu m$ であり、且つ個数分布の変動係数Bが下記条件

(5) 式 $2.0 \leq B \leq 4.0$

を満足することを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 結着樹脂及び着色剤を少なくとも含有する混合物を熔融混練し、混合物を冷却し、冷却物を粉碎手段によって粉碎して粉碎物を得て、得られた粉碎物を粗粉分級手段で、粗粉と細粉とに分級し、分級された粗粉を衝突式気流粉碎手段により微粉碎して微粉体を生成し、生成した微粉体を粗粉分級手段に循環し、分級された細粉を少なくとも二段以上の微粉分級手段からなる多段微粉分級手段に導入して、分級して得られた所定粒径範囲の中粉体から静電荷像現像用トナーを製造する方法

において、前記衝突式気流粉碎手段では、高圧気体により被粉碎物を搬送加速する為の加速管と被粉碎物と微粉砕する為の粉碎室とを有し、加速管内に供給され、加速された被粉碎物を粉碎室内に加速管出口から吐出し、該加速管の出口の開口面に対向して設けた衝突面を有する衝突部材の突出部で一次粉碎し、一次粉碎された一次粉碎物を該突出部の外周に設けられた外周衝突面で二次粉碎し、二次粉碎された二次粉碎物を更に粉碎室内の側壁で三次粉碎を行った後、粗粉分級手段に循環し、粗粉分級手段で分級された細粉は、少なくとも二段以上の微粉分級手段からなる多段微粉分級手段に導入し、所定粒径以下の粒子群を主成分とする中粉体を分級及び捕集する多段微粉分級工程を有する静電荷像現像用トナーを製造する方法であって、

多段微粉分級手段の分級点Aが下記条件

(1) 式 $1. 0 < A_1 \cdots A_{n-1} < 5. 0$

(2) 式 $1. 5 < A_n < 7. 0$

(3) 式 $A_1 < \cdots < A_{n-1} < A_n$

(4) 式 $2 \leq n \leq 5$

【式中の分級点Aは、部分分級効率曲線の50%分級径 D_{p50} (μm) であり、nは多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段の段数を示し、多段微粉分級手段の1段目の分級点は A_1 、2段目の分級点は A_2 、n段目の分級点は A_n と定義する。】を満足し、且つ多段微粉分級工程に捕集された中粉体は、重量平均径 D_w が $3 \sim 8 \mu m$ であり、且つ個数分布の変動係数Bが下記条件

(5) 式 $2.0 \leq B \leq 4.0$

【式中Bは、中粉体の個数分布における変動係数 (S/D_1) $\times 100$ を示す。但し、Sは中粉体中の個数分布における標準偏差を示し、 D_1 は中粉体中の個数平均径 (μm) を示す。】を満足することを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項2】 衝突部材の衝突面に突出している突出中央部の頂角を α ($^\circ$) とし、外周衝突面の加速管の中心軸の垂直面に対する傾斜角を β ($^\circ$) とした場合、該 α 及び該 β が下記式

$0 < \alpha < 90$ 、 $\beta > 0$ 、 $3.0 \leq \alpha + 2\beta \leq 9.0$

を満足する請求項1に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、結着樹脂を有する固体粒子の粉碎及び分級を効率良く行なって所定の粒度を有する静電荷像現像用トナーを得る為の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 電子写真法、静電写真法、静電印刷法の如き画像形成方法では、静電荷像を現像する為にトナーが使用される。近年、複写機やプリンター等の高画質化及び高精細化に伴い、現像剤としてのトナーに要求される性能も一段とシビアになってきており、トナーの粒径は小さくなり、トナーの粒度分布としては、粗粒子の無い且つ微粉の少ないシャープなものが要求される様になってきている。

【0003】 静電荷像現像用トナーの一般的な製造方法としては、被転写材に定着させる為の結着樹脂、トナーとしての色味を出させる各種着色剤、粒子に電荷を付与させる為の荷電制御剤、又、特開昭54-42141号公報や特開昭55-18656号公報に示される様な所謂一成分現像法において、トナー自身に搬送性等を付与する為の各種磁性材料を用い、他に必要に応じて離型剤、流動性付与剤を乾式混合し、しかる後にロールミルやエクストルーダー等の汎用混練装置にて熔融混練し、冷却固化した後にジェット気流式粉碎機や機械衝撃式粉碎機等の各種粉碎装置により微砕化し、各種風力分級機により分級を行うことにより、トナーとして必要な粒度に揃える。

【0004】 これに必要に応じて流動化剤や滑剤等々を乾式混合しトナーとする。又、二成分現像方法に用いる場合は、各種磁性キャリアとトナーとを混ぜ合わせた後、画像形成に供する。上述の如く、微細粒子であるトナー粒子を得る為には、従来、図10のフローチャートに示される方法が一般的に採用されている。トナー粗砕物は、粗粉分級手段に連続的又は逐次供給されて分級され、分級された規定粒度以上の粗粒子群を主成分とする粗粉は、粉碎手段に送って粉碎された後、再度、粗粉分級手段に循環される。

【0005】 他の規定粒径範囲内の粒子及び規定粒径以下の粒子を主成分とするトナー微粉砕品は、微粉分級手段に送られ、規定粒度を有する粒子群を主成分とする中粉体と規定粒度以下の粒子群を主成分とする細粉体とに分級される。粉碎手段としては、各種粉碎装置が用いられるが、結着樹脂を主とするトナー粗粉碎物の粉碎には、図11に示す如きジェット気流を用いたジェット気流式粉碎機、特に衝突式気流粉碎機が用いられている。

【0006】 ジェット気流の如き高圧気体を用いた衝突式気流粉碎機は、ジェット気流で粉体原料を搬送し、加速管の出口より噴射し、粉体原料を加速管の出口の開口面に対向して設けた衝突部材の衝突面に衝突させて、そ

の衝撃力により粉体原料を粉碎している。

【0007】例えば、図11に示す衝突式気流粉碎機では、高圧気体供給ノズル47を接続した加速管46の出口45に対向して衝突部材43を設け、前記加速管46に供給した高圧気体により、加速管46の中途に連通させた粉体原料供給口40から加速管46内に粉体原料を吸引し、粉体原料を高圧気体と共に噴出して衝突部材43の衝突面に衝突させ、その衝撃によって粉碎している。

【0008】しかしながら、図11の衝突式気流粉碎機では、被粉碎物の供給口40が加速管46の中途に設けられている為、加速管46内に吸引導入された被粉碎物は、被粉碎物供給口40を通過直後に、高圧気体供給ノズル47より噴出する高圧気流により加速管出口方向に向かって流路を変更しながら高圧気流中に分散され急加速される。この状態において被粉碎物の比較的粗粒子は、慣性力の影響から加速管内の底流部を流れ、又、比較的微粒子は、加速管内の高流部を流れるので、高圧気流中に十分に均一に分散されず、被粉碎物濃度の高い流れと低い流れに分離したまま、被粉碎物が対向する衝突部材に部分的に集中して衝突することになり、粉碎効率が低下し易く、処理能力の低下を引き起こし易い。

【0009】衝突面41は、その近傍において、局部的に被粉碎物及び粉砕物からなる粉塵濃度の高い部分が発生し易い為、被粉碎物が樹脂等の低融点物質を含有する場合は、被粉碎物の融着、粗粒化及び凝集等が発生し易い。又、被粉碎物に摩耗性がある場合は、衝突部材の衝突面や、加速管に局部的な粉体摩耗が起こり易く、衝突部材の交換頻度が多くなり、連続的に安定に生産すると云う面では改良すべき点があった

【0010】衝突部材の衝突面の先端部分が、頂角110°～175°を有する円錐形状のもの（特開平1-254266号公報）や、衝突面が衝突部材の中心軸の延長線と直角に交わる平面上に突起を有した衝突板形状（実開平1-148740号公報）が提案されている。これらの粉碎機では、衝突面近傍での局部的な粉塵濃度の上昇を抑えることが出来る為、粉砕物の融着、粗粒化、凝集等を多少和らげることが出来、粉碎効率も若干向上するが、更なる改良が望まれている。

【0011】例えば、重量平均径が8 μ mであり、且つ個数分布の変動係数A（定義は後記）が33である粒子群を得る場合は、粗粉域を除去する為の分級機構を備えた衝突式気流粉碎機の如き粉砕手段で所定の平均粒径まで原料を粉碎して分級し、粗粉体を除去した後の粉砕物を別の分級機にかけ、微粉体を除去して所望の中粉体を得ている。尚、ここで記している重量平均粒径は、コールターエレグトロニクス社（米国）製のコールターカウンターTA-II型で100 μ mのアーチャーを用いて測定したデータである。

【0012】この様な従来の製造法では、特にトナーの

重量平均粒径が8 μ m以下で、更にその重量平均粒径が小さくなればなる程、粉砕手段におけるエネルギー効率の低下及び微粉分級手段においての分級収率の低下を招くと云う問題が起こる。

【0013】従来の微粉分級手段での収率低下を向上させる方法として、中山仁郎、米沢一裕；粉体と工業、4月号、45頁（1984）、最新超微粉砕プロセス技術、347頁（1985）に記載されている様に、分級手段を多段に設け、後流側に小型機を使用する方法が提案されている。この様な分級手段により、収率の向上がある程度の幅で図れるが、主に分級手段の容量アップに伴う分級精度の低下や分級収率の低下を軽減することに主体が置かれているので、更なる分級精度の向上及び分級収率の向上が望まれている。

【0014】又、トナーの重量平均粒径が8 μ m以下であり、尚、且つ重量平均粒径が小さくなればなる程、トナー粒子の凝集度が増加と共に、極微粒子の生成が多くなる為、粉砕手段で生成した極微粒子の除去する技術が非常に困難になる。事実上、従来技術を示す図10の如く、微粉分級手段が1段の場合は、この極微粒子を除去する機構が1回しか行われず、極微粒子が除去しきれない欠点がある。

【0015】更に前記記載の公知例では、微粉分級手段が多段の場合は、1段分級の場合に比較して、この極微粒子の除去は向上させることが出来る。しかしながら、トナーの品質としてかわる画像としては不十分であり、更なる高画質化が望まれる。従って、最近のニーズとして、より高精細及び高画質を実現させる為、トナーの微粒子化が望まれており、更に効率良く、更に極微粒子が少なく且つ重量平均粒径8 μ m以下のトナーを製造する方法が特許されている。

【0016】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の静電荷像現像用トナーの製造方法に於ける前述の各種問題点を解決した製造方法を提供することを目的とする。即ち、本発明は、精緻な粒度分布を有する静電荷像現像用トナーを効率良く生成する製造方法を提供することを目的とする。本発明は、結着樹脂、着色剤及び添加剤を含有する混合物を溶融混練し、溶融混練物を冷却後、粉砕により生成した固体粒子群から精緻な所定の粒度分布を有する粒子製品（トナーとして使用される）を効率的に、収率良く製造する方法を提供することを目的とする。

【0017】又、本発明は、重量平均粒径3～8 μ m（好ましくは、3～7 μ m）の静電荷像現像用トナーを効率良く製造する為の方法を提供することを目的とする。

【0018】

【課題を解決する為の手段】上記目的は以下の本発明によって達成される。即ち、本発明は、結着樹脂及び着色

剤を少なくとも含有する混合物を熔融混練し、混合物を冷却し、冷却物を粉碎手段によって粉碎して粉碎物を得て、得られた粉碎物を粗粉分級手段で、粗粉と細粉とに分級し、分級された粗粉を衝突式気流粉碎手段により微粉碎して微粉体を生成し、生成した微粉体を粗粉分級手段に循環し、分級された細粉を少なくとも二段以上の微粉分級手段からなる多段微粉分級手段に導入して、分級して得られた所定粒径範囲の中粉体から静電荷像現像用トナーを製造する方法において、

【0019】前記衝突式気流粉碎手段では、高压気体により被粉碎物を搬送加速する為の加速管と被粉碎物と微粉碎する為の粉碎室とを有し、加速管内に供給され、加速された被粉碎物を粉碎室内に加速管出口から吐出し、該加速管の出口の開口面に対向して設けた衝突面を有する衝突部材の突出部で一次粉碎し、一次粉碎された一次粉碎物を該突出部の外周に設けられた外周衝突面で二次粉碎し、二次粉碎された二次粉碎物を更に粉碎室内の側壁で三次粉碎を行った後、粗粉分級手段に循環し、粗粉*

$$(ア) 式 \quad \eta(D) = \frac{\eta_c(R_c(D_i)) - R_c(D_{i+1})}{R_c(D_i) - R_c(D_{i+1})}$$

D_i : i 番目の粒径

$R_c(D_i)$: 分級後の粗粉の累積粒度分布

$R_o(D_i)$: 原料の累積粒度分布

η_c : 粗粉の収率

$\eta(D)$: 部分分級効率

【0022】ここで云う累積粒度分布はコールターエレクトロニクス社(米国)製のコールターカウンターTA-II型で100 μ mのアパーチャーを用いて測定した体積累積粒度分布である。更に η は多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段の段数を示し、多段微粉分級手段の1段目の分級点は A_1 、2段目の分級点は A_2 、n段目は A_n と定義する。]を満足し、且つ多段微粉分級工程により捕集された中粉体は、重量平均粒径 D_4 が3~8 μ mであり、且つ個数分布の変動係数Bが下記条件

$$(5) 式 \quad 20 \leq B \leq 40$$

[式中Bは、中粉体の個数分布における変動係数(S/D_1) $\times 100$ を示す。但し、Sは中粉体中の個数分布における標準偏差を示し、 D_1 は中粉体中の個数平均径(μ m)を示す。]を満足することを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法に関する。

【0023】更に、本発明の好ましい実施態様では、衝突部材の衝突面に突出している突出中央部の頂角を α ($^\circ$)とし、外周衝突面の加速管の中心軸の垂直面に対する傾斜角を β ($^\circ$)とした場合、該 α 及び該 β が下記式

$$0 < \alpha < 90, \beta > 0, 30 \leq \alpha + 2\beta \leq 90$$

を満足する静電荷像現像用トナーの製造方法に関する。

【0024】

【好ましい実施態様】以下に、本発明を添付図面を参照

*分級手段で分級された細粉は、少なくとも二段以上の微粉分級手段からなる多段微粉分級手段に導入し、所定粒径以下の粒子群を主成分とする中粉体を分級及び捕集する多段微粉分級工程を有する静電荷像現像用トナーを製造する方法であって、

【0020】多段微粉分級手段の分級点Aが下記条件

$$(1) 式 \quad 1. 0 < A_1 \cdots A_{n-1} < 5. 0$$

$$(2) 式 \quad 1. 5 < A_n < 7. 0$$

$$(3) 式 \quad A_1 < \cdots < A_{n-1} < A_n$$

$$(4) 式 \quad 2 \leq n \leq 5$$

[式中の分級点Aは、部分分級効率曲線の50%分級径 D_{P50} (μ m)であり、nは多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段の段数を示し、多段微粉分級手段の1段目の分級点は A_1 、2段目の分級点は A_2 、n段目の分級点は A_n と定義する。部分分級効率は、下記(ア)式により求めた。

【0021】

【式1】

$$\eta_c(R_c(D_i)) - R_c(D_{i+1})$$

$$R_c(D_i) - R_c(D_{i+1})$$

しながら更に詳しく説明する。図1は、本発明の製造方法の概要を示すフローチャートの一例である。本発明において、所定量の粉碎原料が粗粉分級手段に供給され、粗粉分級手段において粗粉と細粉に分級される。粗粉は粉碎手段に導入されて粉碎され、粉碎後に粗粉分級手段に導入される。所定量の細粉は、少なくとも二段以上の多段微粉分級手段に供給され、微粉体及び中粉体に分級される。

【0025】分級された中粉体は、そのままトナーとして使用されるか、又は疎水性コロイダルシリカの如き添加剤と混合されて後にトナーとして使用される。分級された微粉体は、一般に粉碎原料を生成する為の熔融混練工程に供給されて再利用されるか、又は廃棄される。本発明の製造方法に於いては、粉碎及び分級条件をコントロールすることにより、重量平均粒径が3~8 μ m、好ましくは3~7 μ mであり、個数分布の変動係数Aが20~40である粒径の小さいトナーを効率良く生成することが出来る。

【0026】図2に本発明の装置システムの一例を示す。この装置システムにおいて、トナー粉原料となる粉碎原料は、第1定量供給機102を介して粗粉分級機109に導入され、分級された1次細粉は捕集サイクロン107を介して、第2定量供給機110に送り込まれ、1次細粉供給インジェクションフィーダー116を介して第1段微粉分級機101内に導入される。粗粉分級機109で分級された粗粉は、粉碎機108に送り込まれて粉碎された後、新たに投入される粉碎原料と共に再度粗粉分級機109に導入される。

【0027】第1段微粉分級機101内に導入された細

粉は、1次微粉体と2次細粉に分級され1次微粉体は捕集サイクロン106で捕集される。更に、2次細粉は2次細粉供給インジェクションフィーダー160を介して、第2段微粉分級機161内に導入される。第2段微粉分級機161に導入された2次細粉は、2次微粉体と中粉体に分級され、各々捕集サイクロン104及び105で捕集される。

【0028】図3は、本発明に用いた粉碎手段の概略的断面図及び該粉碎機を使用した衝突式気流粉碎機及び粗粉分級機を組み合わせた粉碎装置のフローチャートを示した図である。粉碎されるべき粉体原料7は、加速管3の上方の粉碎機壁11に設けられた粉体原料投入口1より、加速管3に供給される。加速管3には圧縮空気の如き圧縮気体が圧縮気体供給ノズル2から導入されており、加速管3に供給された粉体原料7は瞬時に加速されて高速度を有する様になる。高速度で加速管出口13から粉碎室8に吐出された粉体原料7は、衝突部材4の衝突面に衝突して粉碎される。図3の粉碎機において、衝突部材の衝突面には錐体状の突出している突出中央部14と、該突出中央部の周囲に突出中央部で粉碎された被粉碎物の一次粉碎物を更に衝突により粉碎する為の外周衝突面15を有している。又、粉碎室8には外周衝突面で二次粉碎された二次粉碎物を、衝突により三次粉碎する為の側壁6を有している。

【0029】図4は、図5の横断平面図を示し、更に詳しく説明する。上記の様に、原料衝突面に中央部が突出している錐体状の突起14を設けることにより、加速管から噴出された粉碎原料と圧縮空気の固気混合流は、突起14の表面で一次粉碎され、更に外周衝突面15で二次粉碎された後、粉碎室側壁6で三次粉碎される。この時、衝突部材の衝突面に突出している突出中央部の頂角 $\alpha(^{\circ})$ と、外周衝突面の加速管の中心軸の直面に対する傾斜角 $\beta(^{\circ})$ が

$$0 < \alpha < 90, \beta > 0$$

$$30 \leq \alpha + 2\beta \leq 90$$

を満足するときに、非常に効率良く粉碎が行われる。

【0030】 $\alpha \geq 90$ の時は、突起表面で一次粉碎された粉碎物の反射流が、加速管から噴出する固気混合流の流れを乱すことになり好ましくない。 $\beta = 0$ のとき、即ち図14に示した様に、外周衝突面15が固気混合流に対して直角の場合には、外周衝突面での反射流が固気混合流に向かって流れる為、固気混合流の乱れを生じ好ましくない。又、 $\beta = 0$ のときには、外周衝突面上での粉体濃度が大きくなり、熱可塑性樹脂の粉体又は熱可塑性樹脂を主成分とする粉体を原料とした場合、外周衝突面上で融着物及び凝集物を生じ易い。斯かる融着物が生じた場合、装置の安定した運転が困難となる。

【0031】又、 α と β とが $\alpha + 2\beta < 30$ の時には、突起表面での一次粉碎の衝撃力が弱められる為、粉碎効率の低下を招く為好ましくない。又、 α と β とが $\alpha + 2$

$\beta > 90$ の時には、外周衝突面での反射流が固気混合流の下流側に流れる為、粉碎室側壁での三次粉碎の衝撃力が弱くなり、粉碎効率の低下を引き起こす。以上述べた様に、 α と β とが $0 < \alpha < 90, \beta > 0, 30 \leq \alpha + 2\beta \leq 90$ 、更に好ましい範囲としては $10 < \alpha < 80, 5 < \beta < 40$ を満たすときに、図4に示す如く、一次、二次及び三次の粉碎が効率良く行われ、粉碎効率を向上させることが出来る。

【0032】従来の粉碎機に較べ、衝突回数を増やし、且つより効果的に衝突させることが本発明の特徴であり、粉碎効率の向上が図れ、及び粉碎時における融着物の発生を防止することが出来、安定した運転を行うことが出来る。本発明で使用する粉碎機の構成は図3に示した構成に限定されるものではない。図5は本発明の他の好ましい実施例の粉碎機の概略断面図及び該粉碎機を使用した粉碎工程及び分級機による分級工程を組み合わせた粉碎装置のフローチャート図であり、図6は図5のA-A線における拡大断面図、図7は図5のB-B線における断面図である。

【0033】図5の粉碎機について説明すると、高压気体により被粉碎物を搬送加速する為の加速管21と、該加速管出口に対向して設けた衝突面を有する衝突部材30を有し、該加速管21がラバルノズル状をなし、該加速管21のスロート部上流に高压気体噴出ノズル23を配し、該高压気体噴出ノズル23の外壁とスロート部22内壁間に被粉碎物供給口24を設け、更に該加速管21の出口に接続して設けた粉碎室の軸方向断面形状が円形状を有している。

【0034】被粉碎物供給筒25より供給された被粉碎物は、中心軸を鉛直方向に配設したラバルノズル形状をなす加速管21の加速管スロート部22の内壁と、中心が加速管21の中心軸と同軸上にある高压気体噴出ノズル23の外壁との間で形成された被粉碎物供給口24へ到達する。一方、高压気体は高压気体供給口26より導入され高压気体チャンバー27を経て、一本、好ましくは複数本の高压気体導入管28を通り、高压気体噴出ノズル23より加速管出口29方向に向かって急激に膨張しながら噴出する。

【0035】この時、加速管スロート部22の近傍で発生するエゼクター効果により、被粉碎物はこれと共存している気体に同伴されながら、被粉碎物供給口24より加速管出口29方向に向けて吸引され、加速管スロート部22において高压気流と均一に混合されながら急加速し、加速管出口29に対向配置された衝突部材30の衝突面に粉塵濃度の偏りなく均一な固気混合気流の状態で衝突する。衝突時に、発生する衝撃力は、十分分散した個々の粒子(被粉碎物)に与えられる為、非常に効率の良い粉碎が出来る。衝突部材30の衝突面に於て粉碎された粉碎物は、更に粉碎室側壁32と衝突部材30表面の間で衝突を繰り返し、より粉碎効率を上昇させ、衝突部

材30後方に配設された粉砕物排出口33より排出される。

【0036】衝突部材の衝突面には、突出している突出中央部14と該突出中央部の周囲に突出中央部で粉砕された被粉砕物の一次粉砕物を更に衝突により粉砕する為の外周衝突面15を有している。又、粉砕室34には外周衝突面で二次粉砕された二次粉砕物を衝突により三次粉砕する為の側壁32を有している。図3の粉砕機と同様に、衝突面上の突起の表面で被粉砕物は一次粉砕され、更に外周衝突面15で二次粉砕された後、粉砕室側壁32で三次粉砕される。

【0037】図8の粉砕機では、加速管の中心軸を鉛直方向に配設し、加速管内壁と高圧気体噴出ノズル外壁間より被粉砕物を供給せしめ、高圧気体の噴出方向と被粉砕物の供給方向を同一方向とすることにより、被粉砕物を粉塵濃度による偏りがない様に均一に噴出する高圧気流中に分散させることが出来る。本発明に用いた他の装置を図8及び図9に示す。尚、図9は図8のC-C線における断面図である。

【0038】図8の粉砕機について説明すると、高圧気体により粉体原料を搬送加速する為の加速管21と、該加速管21から噴出する粉体を衝突力により粉砕する為の衝突面を具備する粉砕室34とを有し、且つ該衝突部材30が加速管出口に対向して設けられている衝突式気流粉砕機であって、ラバール形状を有する加速管21のスロート部36と加速管出口37との間に加速管の全円周方向の粉体原料供給口24が設けられており、且つ該粉砕室断面形状が実質円形状を有し、且つ該衝突部材30後方に粉砕物排出口33を設けた衝突式気流粉砕機である。

【0039】又、該加速管21の中心軸が鉛直方向を有し、該衝突部材30の衝突面には、突出している突出中央部14と該突出中央部の周囲に突出中央部で粉砕された被粉砕物の一次粉砕物を更に衝突により粉砕する為の外周衝突面15を有している。又、粉砕室34には、外周衝突面で二次粉砕された二次粉砕物を衝突により三次粉砕する為の側壁32を有している。高圧気体の作用を説明すると、高圧気体は先ず高圧気体チャンバー27の左右にある高圧気体供給口27から入り、圧力の変動等、動脈が均一にされた後、被粉砕物供給筒25の中心部に設けられたラバールノズル35から加速管21に流入される。

【0040】加速管21もラバールノズル35と同様に末広りのラバール状の形状を有し、加速管21に流入された高圧気体は膨脹しながら超音速領域まで加速される。その過程で高圧気体が減圧され、加速管21を出たところで気体の圧力は粉砕室34の圧力と略同一になる。一方、円形状の粉砕室34では、出口部33で粉砕室34内の気体を吸引すると粉砕室内部に吸引流が発生する。そして、この吸引流の作用により衝突部材30の表面は

減圧状態となる。尚、粉砕室の形状はこれに限定されるものではない。この衝突部材30の表面の減圧作用により加速管21より出た噴流は更に加速され、衝突部材30の表面に衝突する。この時、衝突部材30の衝突面上の突起14の表面で被粉砕物が一次粉砕され、更に外周衝突面15で二次粉砕された後、粉砕室側壁32で三次粉砕される。

【0041】次に供給される粉体原料が受ける作用について説明する。被粉砕物である粉体原料は被粉砕物供給筒25より供給される。供給された粉体原料は供給筒下部にある粉体原料供給口24から、加速管21へ吸引排出される。原料の吸引排出の原理は前述した高圧気体の加速管における膨脹減圧によるエゼクター効果による。この時、ラバール形状を有する加速管のスロート部と加速管出口との間に加速管の全円周方向に粉体原料供給口24を設けている為、高速気流により十分分散及び加速される。

【0042】尚、粉体原料供給口24は、全円周方向若しくは複数個($n \geq 2$)設けることが好ましい。粉体原料供給口が1ヶ所の場合には、加速管内の原料の分散状態が偏ったものとなる為、粉砕効率の低下を招くので好ましくない。この様にして加速管21内部に分散されて吸引された粉体原料は、被粉砕物供給筒25の中央部に設けられているラバールノズル35から放射される高速気流により完全に分散される。次に、分散された原料は加速管21内部を流れる高速気流に乗って加速され、超音速固気混合流れとなる。この固気混合流れは加速管21を出た後固気混合噴流となり、前述の噴流と同様の作用を受け衝突部材30に衝突する。

【0043】図8の粉砕機では、加速管の中心軸を鉛直方向に配設し、特定の原料供給方法を有しており、被粉砕物である原料粉体がより強く分散されて粉砕効率を向上させることが出来、優れた粉砕処理能力が得られる。又、被粉砕物の強分散による粉塵濃度の均一化により、衝突部材、加速管及び粉砕室における被粉砕物の局所的な融着や摩耗も、従来の衝突式気流粉砕機に比べて大幅に低減させることが出来、装置を安定稼働させることが出来る。

【0044】図5及び図8の粉砕機は、図3の構成の粉砕機に較べ加速管への原料投入方法が異なっており、加速管中の粉体原料をより均一に分散させることが出来、その為、より粉砕効率を向上させることが出来る。尚、図5及び図8の粉砕機においても、 α と β とが $0 < \alpha < 90$ 、 $\beta > 0$ 、 $30 \leq \alpha + 2\beta \leq 90$ を満たす時に、一次、二次及び三次粉砕が効率良く行われ、粉砕効率を向上させることが出来る。

【0045】本発明の粉砕機において、加速管出口の内径は衝突部材の直径 b よりも小さい内径を有することが好ましい。衝突部材の衝突面に突出している突出中央部の先端と加速管の中心軸とは、実質的に一致させるのが

粉碎の均一化と云う点で好ましい。加速管出口と衝突部材の衝突面端部との距離 a は該衝突部材の直径の 0.1 倍から 2.5 倍以下が好ましく、0.2 倍から 1.0 倍がより好ましい。0.1 倍未満では衝突面近傍の粉塵濃度が高くなり、2.5 倍を越える場合には衝撃力が弱まり、粉碎効率が低下する傾向がある。

【0046】又、衝突部材の衝突面端部と粉碎室側壁（内壁）との最短距離 c は、該衝突部材の直径 b の 0.1 倍から 2 倍以下が好ましい。0.1 倍未満では高压気体の通過時の圧力損失が大きく、粉碎効率が低下させるのみならず、粉碎物の流動がスムーズに行かない傾向があり、一方、2 倍を越える場合は粉碎室側壁での被粉碎物の三次衝突の効果が減少し、粉碎効率の低下を招く。又、粉碎室形状は特に限定されるものではなく、衝突部材の衝突面端部と粉碎室側壁間の距離が上記数値を満足していればよい。

【0047】本発明に用いられる粗粉分級手段として気流分級機が用いられる。例えば、日本ニューマチック工業製 DS 型分級機、ホソカワミクロン社製ミクロンセパレーター、ATP 型分級機、日清エンジニアリング社製ターボクラッシュファイヤー等が挙げられる。この様な気流分級機と前述の衝突式気流粉碎機とを組み合わせることで、微粉の粉碎機への混入が良好に抑制又は阻止されて、粉碎物の過粉碎が防止され、又、分級された粗粉が粉碎機へ円滑に供給され、更に加速管へ均一に分散され、粉碎室で良好に粉碎されるので、粉碎物の収率及び単位重量当たりのエネルギー効率を高めることが出来る。

【0048】又、本発明に用いられる多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段として好ましくは、気流式分級機が用いられる。例えば、前述と同様に、日本ニューマチック工業製 DS 型分級機、細川ミクロン社製ミクロンセパレーター、ATP 型分級機、日清エンジニアリング社製ターボクラッシュファイヤー等が挙げられる。

【0049】多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段の段数は、好ましくは 2 段以上 5 段以下であり、より好ましくは 2 段以上 4 段以下、更により好ましくは 2 段以上 3 段以下にすることが良い。多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段の段数が 1 段の場合、即ち 1 段分級の場合は、極微粒子の除去回数が少ない為、画像品質の低下、特にカブリ性の低下を招く。特にトナーの重量平均粒径が $8\mu\text{m}$ 以下の領域で、その重量平均粒径が小さくなればなる程この傾向が著しい。又、多段微粉分級工程の微粉分級手段が 5 段より多い場合は、画像品質が、カブリ性等としては良好であるが、加工費が増大し好ましくない。

【0050】多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段である分級機の組み合わせは、同機種の組み合わせ又は異機種種の組み合わせのいずれでも構わない。鋭意検討した結果、多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段を構

成する微粉分級手段の分級点を (1) 式から (4) 式を満足する様に分級条件を設定することにより極微粒子の除去効率が極めて高く、又、分級収率を良好に向上させることを見出した。

【0051】従って、極微粒子の除去を効率良く行い、画像品質（特にカブリ性）を良好に向上させ、更に分級収率を良好に向上させるには、多段微粉分級手段を構成する微粉分級手段の分級点 A は、下記条件 (1) 式から (4) 式に設定することが良い。下記条件の (3) 式が $A_{n-1} > A_n$ の場合、極微粒子の除去効率は良好であるが、分級収率が低下するので好ましくない。

(1) 式 $1.0 < A_1 \cdots A_{n-1} < 5.0$

(2) 式 $1.5 < A_n < 7.0$

(3) 式 $A_1 < \cdots < A_{n-1} < A_n$

(4) 式 $2 \leq n \leq 5$

【式中の分級点 A は、部分分級効率曲線の 50% 分級径 D_{p50} (μm) と呼ばれているものであり、 n は多段微粉分級手段の段数を構成する微粉分級手段の段数を示し、多段微粉分級手段の 1 段目の分級点は A_1 、2 段目の分級点は A_2 、 n 段目の分級点は A_n と定義する。】この分級点は、粉碎原料の粒子径、所望の中粉体の粒子径及び粉体の真比重等により最適条件を採用すればよい。

【0052】本発明において、図 1 のフローチャートに示す粉碎工程はこれに限定されるものではなく、例えば、粉碎手段が 1 つに対して粗粉分級手段が 2 つ或は粉碎手段及び粗粉分級手段が各々 2 つ以上であってもよい。どのような組み合わせで粉碎工程を構成するかは、所望の粒径、トナー粒子の構成材料等により適宜設定すればよい。

【0053】粗粉分級手段に導入する粉碎原料は、2mm 以下、好ましくは 1mm 以下にすることが良い。粉碎原料を中粉碎工程に導入し、10～100 μm 程度に粉碎したものを本発明における原料としてもよい。従来の方法では、特にトナーの重量平均粒径が $8\mu\text{m}$ 以下で、その重量平均粒径が小さくなればなる程、粉碎手段におけるエネルギー効率の低下及び微粉分級手段における分級収率の低下を招き、更に又トナーの重量平均粒径が小さくなればなる程、トナー粒子の凝集度が増加し、しかも極微粒子の生成が多くなる為、粉碎手段において生成された極微粒子が微粉分級手段で除去できずに画像品質の低下を招いていた。

【0054】従来の方法において、微粉分級手段の収率を向上させる方法として、多段微粉分級手段を用いることを試みられているが、主に分級手段の容量アップに伴う分級精度の低下や分級収率の低下を軽減することに趣きが置かれており、この方法ではある程度分級収率の向上が得られるものの、又、極微粒子の除去効率に関しても微粉分級手段が 1 段のものに比べて向上するが、いまだ十分ではなく、画像品質として満足いくものではな

かった。

【0055】本発明の方法は、高効率粉碎手段により、高いエネルギー効率でトナー原料の粉碎が可能となり、加工費の大幅な低下が図れる。更に微粉分級手段を多段に設け、多段微粉分級手段を構成し、分級点を段階的に制御することにより、微粉分級手段（多段微粉分級手段）での分級収率の良好な向上が得られ、しかも極微粒子の除去効率を極めて高くすることが出来る。

【0056】この高効率粉碎手段と分級点を制御した多段微粉分級手段の相乗効果により、加工費が低く、しかも極微粒子が極めて少ない、画像品質が良好に向上するトナーを製造することが出来る。従って、本発明の製造方法は、静電荷像を現像する為に使用されるトナー粒子の生成に好ましく使用することが出来る。

【0057】静電荷像現像用トナーを作製するには、着色剤又は磁性粉及びビニル系、非ビニル系の熱可塑性樹脂、必要に応じて荷電制御剤、その他の添加剤等をヘンシェルミキサー又はボールミルの如き混合機により充分混合してから、加熱ロール、ニーダー、エクストルーダーの如き熱混練機を用いて熔融、捏和及び練肉して樹脂類を互いに相溶せしめた中に顔料又は染料を分散又は溶解せしめ、冷却固化後粉碎及び分級を行ってトナーを得ることが出来る。トナー製造工程の内、粉碎工程及び分級工程で本発明の製造方法が使用される。

【0058】次にトナーの構成材料について説明する。トナーに使用される結着樹脂としては、オイル塗布する装置を有する加熱加圧定着装置又は加熱加圧ローラ定着装置を使用する場合には、下記トナー用結着樹脂の使用が可能である。

【0059】例えば、ポリスチレン、ポリ-p-クロルスチレン、ポリビニルトルエン等のスチレン及びその置換体の単重合体；スチレン-p-クロルスチレン共重合体、スチレン-ビニルトルエン共重合体、スチレン-ビニルナフタリン共重合体、スチレン-アクリル酸エステル共重合体、スチレン-メタクリル酸エステル共重合体、スチレン- α -クロルメタクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-ビニルメチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルエチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルメチルケトン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-イソブレン共重合体、スチレン-アクリロニトリル-インデン共重合体等のスチレン系共重合体；ポリ塩化ビニル、フェノール樹脂、天然樹脂変性フェノール樹脂、天然樹脂変性マレイン酸樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ポリ酢酸ビニル、シリコン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、キシレン樹脂、ポリビニルブチラール、テルペン樹脂、クマロンインデン樹脂、石油系樹脂等を使用することが出来る。

【0060】オイルを殆ど塗布しないか又は全く塗布し

ない加熱加圧定着方式又は加熱加圧ローラ定着方式においては、トナー像支持体部材上のトナー像の一部がローラに転移するいわゆるオフセット現象、及びトナー像支持体部材に対するトナーの密着性が重要な問題である。より少ない熱エネルギーで定着するトナーは、通常保存中若しくは現像器中でブロッキング若しくはケーキングしやすい性質があるので、同時にこれら問題も考慮しなければならぬ。これらの現象には、トナー中の結着樹脂の物性が最も大きく関与しているが、本発明者らの研究によれば、トナー中の磁性体の含有量を減らすと、定着時にトナー像支持体に対するトナーの密着性は良くなるが、オフセットが起こり易くなり、又、ブロッキング若しくはケーキングも生じ易くなる。それゆえ、本発明においてオイルを殆ど塗布しない加熱加圧ローラ定着方式を用いる時には、結着樹脂の選択がより重要である。好ましい結着物質としては、架橋されたスチレン系共重合体若しくは架橋されたポリエステルがある。

【0061】スチレン系共重合体のスチレンモノマーに対するコモノマーとしては、例えば、アクリル酸、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸オクチル、アクリル酸-2-エチルヘキシル、アクリル酸フェニル、メタクリル酸、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸オクチル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリルアミド等の様な二重結合を有するモノカルボン酸若しくはその置換体；例えば、マレイン酸、マレイン酸ブチル、マレイン酸メチル、マレイン酸ジメチル等の様な二重結合を有するジカルボン酸及びその置換体；例えば、塩化ビニル、酢酸ビニル、安息香酸ビニル等の様なビニルエステル類；例えば、エチレン、プロピレン、ブチレン等の様なエチレン系オレフィン類；例えば、ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン等の様なビニルケトン類；例えば、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等の様なビニルエーテル類等のビニル単量体が単独若しくは2つ以上用いられる。

【0062】ここで架橋剤としては主として2個以上の重合可能な二重結合を有する化合物が用いられ、例えば、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン等の様な芳香族ジビニル化合物；例えば、エチレングリコールジアクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、1,3-ブタンジオールジメタクリレート等の様な二重結合を2個有するカルボン酸エステル；ジビニルアニリン、ジビニルエーテル、ジビニルスルフィド、ジビニルスルホン等のジビニル化合物；及び3個以上のビニル基を有する化合物等が単独若しくは混合物として用いられる。

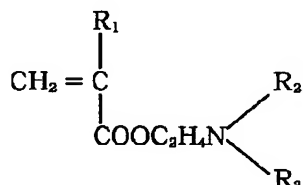
【0063】又、加圧定着方式又は軽加熱加圧定着方式を用いる場合には、圧力定着トナー用結着樹脂の使用が可能であり、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、

ポリメチレン、ポリウレタンエラストマー、エチレン-エチルアクリレート共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、アイオノマー樹脂、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-イソブレン共重合体、線状飽和ポリエステル、パラフィン等がある。又、トナーには荷電制御剤をトナー粒子に配合（内添）して用いることが好ましい。

【0064】荷電制御剤によって、現像システムに応じた最適の荷電量コントロールが可能となり、特に本発明では粒度分布と荷電とのバランスを更に安定したものとすることが可能であり、荷電制御剤を用いることで先に述べたところの粒径範囲毎による高画質化の為の機能分離及び相互補完性をより明確にすることが出来る。正荷電制御剤としては、ニグロシン及び脂肪酸金属塩等による変成物；トリブチルベンジルアンモニウム-1-ヒドロキシ-4-ナフトスルホン酸塩、テトラブチルアンモニウムテトラフルオロボレート等の四級アンモニウム塩等を単独で或は2種類以上組み合わせて用いることが出来る。これらの中でも、ニグロシン系化合物及び四級アンモニウム塩の如き荷電制御剤が特に好ましく用いられる。

【0065】又、一般式

【化1】



R_1 : H, CH_3

R_2 、 R_3 : 置換又は未置換のアルキル基（好ましくは、 $C_1 \sim C_4$ ）で表されるモノマーの単重合体又は前述した様なスチレン、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル等の重合性モノマーとの共重合体を正荷電性制御剤として用いることが出来、この場合これらの荷電制御剤は、結着樹脂（の全部又は一部）としての作用をも有する。

【0066】負荷電性制御剤としては、例えば、有機金属錯体、キレート化合物が有効で、その例としてはアルミニウムアセチルアセトナート、鉄(II)アセチルアセ

*トナート、3,5-ジターシャリーブチルサリチル酸クロム又は亜鉛等があり、特にアセチルアセトン金属錯体、サリチル酸系金属錯体又は塩が好ましく、特にサリチル酸系金属錯体又はサリチル酸系金属塩が好ましい。

【0067】上述した荷電制御剤（結着樹脂としての作用を有しないもの）は、微粒子状として用いることが好ましい。この場合、この荷電制御剤の個数平均粒径は、具体的には4 μ m以下（更には3 μ m以下）が好ましい。トナーに内添する際、このような荷電制御剤は結着樹脂100重量部に対して0.1~20重量部（更には0.2~10重量部）用いることが好ましい。

【0068】トナーが磁性の場合は、磁性トナー中に含まれる磁性材料としては、マグネタイト、 γ -酸化鉄、フェライト、鉄過剰型フェライト等の酸化鉄；鉄、コバルト、ニッケルの様な金属或はこれらの金属とアルミニウム、コバルト、銅、鉛、マグネシウム、スズ、亜鉛、アンチモン、ベリリウム、ビスマス、カドミウム、カルシウム、マンガン、セレン、チタン、タングステン、バナジウムの様な金属との合金及びその混合物等が挙げられる。

【0069】これらの強磁性体は平均粒径が0.1~1 μ m、好ましくは0.1~0.5 μ m程度のものが望ましく、磁性トナー中に含有させる量としては樹脂成分100重量部に対し、60~110重量部、好ましくは樹脂成分100重量部に対し65~100重量部である。トナーに使用される着色剤としては従来より知られている染料及び/又は顔料が使用可能である。例えば、カーボンブラック、フタロシアニンブルー、ピーコックブルー、パーマネントレッド、レーキレッド、ローダミンレーキ、ハンザイエロー、パーマネントイエロー、ベンジジンイエロー等を使用することが出来る。その含有量として、結着樹脂100部に対して0.1~20重量部、好ましくは0.5~20重量部、更にトナー像を定着したOHPフィルムの透過性を良くする為には12重量部以下が好ましく、更に好ましくは0.5~9重量部が良い。

【0070】

【実施例】次に実施例及び比較例を挙げて本発明を更に具体的に説明する。

実施例1

- ・スチレン-ブチルアクリレート-ジビニルベンゼン共重合体 100重量部
(モノマー重合重量比80.0/19.0/1.0、重量平均分子量Mw35万)
- ・磁性酸化鉄（平均粒径0.18 μ m） 100重量部
- ・ニグロシン 2重量部
- ・低分子量エチレン-プロピレン共重合体 4重量部

【0071】上記の処方の材料をヘンシェルミキサー（FM-75型、三井三池化工機製）で良く混合した後、温度150℃に設定した2軸混練機（PCM-30型、池貝鉄工製）にて混練した。得られた混練物を冷却

し、ハンマーミルにて1mm以下に粗粉碎し、トナー製造用の粗砕物を得た。得られたトナー粉碎原料を図2に示す装置システムで粉碎及び分級を行った。衝突式気流粉碎機108は図3に示す構成の装置を用い、該衝突式

気流粉碎機は、衝突面の形状が頂角 50° ($\alpha = 50^\circ$) の円錐状の突起を有し、外周衝突面の加速管の中心軸の鉛直面に対する傾斜角が 10° ($\beta = 10^\circ$) であった ($\alpha + 2\beta = 70^\circ$)。

【0072】又、衝突部材の直径は90mm ($b = 90$ mm) であり衝突面端部と加速管出口との距離は50mm ($a = 50$ mm) であり、粉碎室壁との最短距離は20mm ($c = 20$ mm) であり、粉碎室形状は箱型で行った。定量供給機にて粉碎原料を30Kg/h r. の割合で強制渦流式に分級機に供給し、分級された粗粉を該衝突式気流粉碎機に導入し、圧力6.0Kg/cm² (G)、6.0Nm³/minの圧縮空気を用いて、粉碎した後、再度分級機に循環し、閉回路粉碎を行った。

【0073】その結果、分級された細粉として重量平均径6.7 μ mのトナー用微粉砕品を得た。尚、この微粉砕品は融着物の発生はなく、安定した粉碎運転をすることが出来、16 μ m以上の粗粒が実質含まれていないシャープな粒度分布を有していた。トナーの粒度分布は種々の方法によって測定することが出来るが、本実施例ではコールターカウンターを用いて行った。

【0074】即ち、測定装置としてはコールターカウンターT A-II型(コールター社製)を用い、個数分布及び体積分布を出力するインターフェイス(日科機製)及びC X-1パーソナルコンピュータ(キヤノン製)を接続し、電解液は1級塩化ナトリウムを用いて、1%NaCl水溶液を調製する。測定法としては前記電解液溶液100~150ml中に分散剤として界面活性剤、好ましくはアルキルベンゼンスルホン酸塩を0.1~5ml加え、更に測定試料を2~20mg加える。試料を懸濁した電解液は超音波分散器で約1~3分間分散処理を行い、前記コールターカウンターT A-II型により、アパチャーとして100 μ mアパチャーを用い、個数を基準として2~40 μ mの粒子の粒度分布を測定して、それから本発明に係るところの値を求めた。

【0075】この得られた1次細粉を第2定量供給機110を介して、1次細粉供給インジェクションフィーダー116を介して33.4Kg/h r. の割合で分級点2.9 μ mに設定した多段微粉分級手段を構成する第1段微粉分級機101に導入した。導入された細粉は分級点2.9 μ mで1次微粉体と2次細粉に分級された。

【0076】分級された1次微粉体は捕集サイクロン106で捕集し、2次細粉は2次細粉供給インジェクションフィーダー160を介して、分級点4.1 μ mに設定した多段微粉分級手段を構成する第2段微粉分級機161に導入した。導入された2次粉砕は、分級点4.1 μ mで2次粉体と中粉体に分級された。分級された2次粉体及び中粉体は夫々の捕集サイクロン104、106で捕集した。分級点は、部分分級効率曲線の50%分級径D₅₀ (μ m) である。第1段微粉分級装置及び第2

段微粉分級装置としてティーブレックス超微粉分級機200ATP(ホソカワミクロン社製)を使用した。

【0077】分級された中粉体は重量平均粒径が7.3 μ m、個数分布の変動係数Bが26.3%(粒径4.0 μ m以下の粒子を8.4個数%含有し、粒径8.0 μ m以上の粒子を10.8個数%含有する)のシャープな分布を有しており、トナー用として優れた性能を有していた。この時、投入された粉碎原料の全量に対する最終的に得られた中粉体との分級1収率は73%であった。尚、得られた中粉体を用いて画像評価を行ったところカブリは殆どなく良好であった。

【0078】実施例2

実施例1と同様のトナー粉碎原料を用いて、同様の装置システムで粉碎及び分級を行った。衝突式気流粉碎機及び粗粉分級機は、実施例1と同様な装置を用い、第1段微粉分級機及び第2段微粉分級機はターボクラッシュファイアーTC-40(日清エンジニアリング社製)を使用した。

【0079】粉碎原料を30.8Kg/h r. の割合で供給し、重量平均粒径6.7 μ mの細粉を得、この細粉を30.8Kg/h r. の割合で分級点が2.9 μ mに設定されている第1段微粉分級機と分級点が4.2 μ mに設定されている第2段微粉分級機からなる多段微粉分級手段に導入し、重量平均粒径7.0 μ m、個数分布の変動係数Bが25.9%(粒径4.0 μ m以下の粒子を8.7個数%含有し、粒径8.0 μ m以上の粒子を9.6個数%含有する)のシャープな分布を有する中粉体を分級収率79.9%で得た。尚、得られた中粉体を用いて画像評価を行ったところカブリは殆どなく良好であった。

【0080】実施例3

実施例2と同様のトナー粉碎原料を用いて、同様の装置システムで粉碎及び分級を行った。衝突式気流粉碎機は図5に示す構成の装置を用い、粗粉分級機、第1段微粉分級機及び第2段微粉分級機は、実施例1と同様の装置を用いた。図5に示す衝突式気流粉碎機で粉碎した。該衝突式気流粉碎機は、衝突面の形状は頂角 55° ($\alpha = 55^\circ$) の円錐状の突起を有し、外周衝突面の加速管の中心軸の鉛直面に対する傾斜角が 10° ($\beta = 10^\circ$) であった ($\alpha + 2\beta = 75^\circ$)。

【0081】又、衝突部材の直径は100mm ($b = 100$ mm) であり、衝突面端部と加速管出口との距離は50mm ($a = 50$ mm) であり、粉碎室形状は内径150mmの円筒状粉碎室 ($c = 25$ mm) を用いた。鉛直線を基準とした加速管の長軸方向の傾きは実質的に 0° で行った。定量供給機にて粉碎原料を39.0Kg/h r. の割合で強制渦流式に分級機に供給し、分級された粗粉を該衝突式気流粉碎機に導入し、圧力6.0kg/cm² (G)、6.0Nm³/minの圧縮空気を用いて、粉碎した後、再度分級機に循環し、閉回路粉碎を

行った。その結果、分級された細粉として重量平均径 $7.3 \mu\text{m}$ のトナー用微粉砕品を得た。尚、融着物の発生はなく、安定した運転が出来た。

【0082】この細粉を 44.2 Kg/hr の割合で分級点が $2.9 \mu\text{m}$ に設定されている第1段微粉分級機と分級点が $4.2 \mu\text{m}$ に設定されている第2段微粉分級機からなる多段微粉分級手段に導入し、重量平均粒径 $7.1 \mu\text{m}$ 、個数分布の変動係数 B が 26.2% (粒径 $4.0 \mu\text{m}$ 以下の粒子を 8.3 個数%含有し、粒径 $8.0 \mu\text{m}$ 以上の粒子を 9.9 個数%含有する。)のシャープな分布を有する中粉体を分級収率 74.5% で得た。尚、得られた中粉体について画像評価を行ったところカブリは殆ど無く良好であった。

【0083】実施例4

実施例2と同様のトナー粉砕原料を用いて、同様の装置システムで粉砕及び分級を行なった。衝突式気流粉砕機は、図8に示す構成の装置を用い、粗粉分級機、第1段微粉分級機及び第2段微粉分級機は、実施例1と同様の装置を用いた。図8に示す衝突式気流粉砕機で粉砕した。該衝突式気流粉砕機は、衝突面の形状は頂角 55° ($\alpha = 55^\circ$) の円錐状の突起を有し、外周衝突面の加速管の中心軸の鉛直面に対する傾斜角が 10° ($\beta = 10^\circ$) であった ($\alpha + 2\beta = 75^\circ$)。

【0084】又、衝突部材の直径は 100 mm ($b = 100 \text{ mm}$) であり、衝突面端部と加速管出口との距離は 50 mm ($a = 50 \text{ mm}$) であり、粉砕室形状は内径 150 mm の円筒状粉砕室 ($c = 25 \text{ mm}$) を用いた。鉛直線を基準とした加速管の長軸方向の傾きは実質的に 0° であり、粉体原料供給口は加速管の全円周方向に開口しているものを用いた。定量供給機にて粉砕原料を 37.0 Kg/hr の割合で強制渦流式の分級機に供給し、分級された粗粉を該衝突式気流粉砕機に導入し、圧力 6.0 kg/cm^2 (G)、 $6.0 \text{ Nm}^3/\text{min}$ の圧縮空気を用いて粉砕した後、再度分級機に循環し、閉回路粉砕を行った。その結果、分級された細粉として重量平均径 $7.3 \mu\text{m}$ のトナー用微粉砕品を得た。尚、融着物の発生はなく、安定した運転が出来た。

【0085】この細粉を 41.0 Kg/hr の割合で分級点が $2.9 \mu\text{m}$ に設定されている第1段微粉分級機と分級点が $4.2 \mu\text{m}$ に設定されている第2段微粉分級機からなる多段微粉分級手段に導入し、重量平均粒径 $7.2 \mu\text{m}$ 、個数分布の変動係数 B が 26.3% (粒径 $4.0 \mu\text{m}$ 以下の粒子を 8.1 個数%含有し、粒径 $8.0 \mu\text{m}$ 以上の粒子を 10.0 個数%含有する。)のシャープな分布を有する中粉体を分級収率 74% で得た。尚、得られた中粉体について画像評価を行ったところカブリは殆ど無く良好であった。

【0086】比較例1

実施例1と同様のトナー粉砕原料を用いて、図10のフローチャートに従って粉砕及び分級を行なった。衝突式

気流粉砕機として、図11に示した粉砕機を使用し、粗粉分級機は実施例1と同様な装置を使用し、微粉分級装置としてディスパージョンセパレーターDS5UR (日本ニューマチック工業社製) を使用した。

【0087】該衝突式気流粉砕機は、衝突面の形状が加速管の長軸方向に対して垂直な平面状のものをを用いた。衝突部材の直径は 90 mm ($b = 90 \text{ mm}$) であり、衝突面端部と加速管出口との距離は 50 mm ($a = 50 \text{ mm}$) であり、粉砕室壁との最短距離は 20 mm ($c = 20 \text{ mm}$) であり、粉砕室形状は箱型で行った。定量供給機にて粉砕原料を 13.0 Kg/hr の割合で強制渦流式の分級機に供給し、分級された粗粉を該衝突式気流粉砕機に導入し、圧力 6.0 kg/cm^2 (G)、 $6.0 \text{ Nm}^3/\text{min}$ の圧縮空気を用いて粉砕した後、再度分級機に循環し、閉回路粉砕を行った。

【0088】その結果、分級された細粉として重量平均径 $7.0 \mu\text{m}$ のトナー用微粉砕品を得た。供給量を 13 Kg/hr 以上に増やすと得られる細粉の体積平均径が大きくなり、又、衝突部材上で粉砕物の融着、凝集物及び粗粒子が生じ始め、融着物が加速管の原料投入口を詰まらせる場合があり、安定した運転が出来なかった。粉砕原料を 18.0 Kg/hr の割合で供給し、重量平均粒径 $7.0 \mu\text{m}$ 、個数分布の変動係数 B が 31.0% (粒径 $4.0 \mu\text{m}$ 以下の粒子を 19.2 個数%含有し、粒径 $8.0 \mu\text{m}$ 以上の粒子を 12.8 個数%含有する。)のブロードな粒度分布を有する中粉体を分級収率 54.3% で得た。尚、得られた中粉体を用いて画像評価を行ったところカブリはかなり多く、良好な結果は得られなかった。

【0089】比較例2

実施例1と同様のトナー粉砕原料を用いて、図10のフローチャートに従って粉砕及び分級を行なった。衝突式気流粉砕機として、図13に示した粉砕機を使用し、粗粉分級機は実施例1と同様な装置を使用し、微粉分級装置としてディスパージョンセパレーターDS5UR (日本ニューマチック工業社製) を使用した。該衝突式気流粉砕機は、衝突面の形状が頂角 160° の円錐形状のものをを使用した。衝突部材の直径は 90 mm ($b = 90 \text{ mm}$) であり、衝突面端部と加速管出口との距離は 50 mm ($a = 50 \text{ mm}$) であり、粉砕室壁との最短距離は 20 mm ($c = 20 \text{ mm}$) であり、粉砕室形状は箱型で行った。

【0090】定量供給機にて粉砕原料を 18 Kg/hr の割合で強制渦流式の分級機に供給し、分級された粗粉を該衝突式気流粉砕機に導入し、圧力 6.0 kg/cm^2 (G)、 $6.0 \text{ Nm}^3/\text{min}$ の圧縮空気を用いて、粉砕した後、再度分級機に循環し、閉回路粉砕を行った。その結果、分級された細粉として重量平均径 $6.8 \mu\text{m}$ のトナー用微粉砕品を得た。供給量を 18.0 Kg/hr 以上に増やすと得られる細粉の重量平均径が

大きくなった。尚、融着物の発生は認められなかった。

【0091】粉碎原料を23.0Kg/h r.の割合で供給し、重量平均粒径6.8 μ m、個数分布の変動係数Bが26.4%のブロードな粒度分布を有する中粉体を分級収率61.8%で得た。尚、得られた中粉体をレーザーショット（キャノン製）を用いて画像評価を行ったところカブリは実施例1より軽減され、画像品質としてはやや良好な結果を得た。

【0092】比較例3

実施例1と同様のトナー粉碎原料を用いて、図10のフローチャートに従って粉碎及び分級を行なった。衝突式気流粉碎機として、図14に示した粉碎機を使用し、粗粉分級機は実施例1と同様な装置を使用し、微粉分級装置としてディスパージョンセパレーターDS5UR（日本ニューマチック工業社製）を使用した。該衝突式気流粉碎機は、衝突部材の原料衝突面が加速管の軸芯に対して直角（ $\beta=0^\circ$ ）であり、その原料衝突面に頂角50°（ $\alpha=50^\circ$ ）の円錐状の突起を設けたものを用いた。衝突部材の直径は90mm（ $b=90$ mm）であり、衝突面端部と加速管出口との距離は50mm（ $a=50$ mm）であり、粉碎室壁との最短距離は20mm（ $c=20$ mm）であり、粉碎室形状は箱型で行った。

【0093】定量供給機にて粉碎原料を22Kg/h r.の割合で強制渦流式の分級機に供給し、分級された粗粉を該衝突式気流粉碎機に導入し、圧力6.0kg/cm²（G）、6.0Nm³/minの圧縮空気を用いて粉碎した後、再度分級機に循環し、閉回路粉碎を行った。その結果、分級された細粉として重量平均径6.8 μ mのトナー微粉碎品を得た。供給量を18.0Kg/h r.以上に増やすと得られる細粉の重量平均径が大き

・不飽和ポリエステル樹脂

・銅フタロシアニン顔料

（C. I. Pigment Blue 15）

・荷電制御剤（サリチル酸クロム錯体）

上記の処方材料をヘンシェルミキサー（FM-75型、三井三池化工機製）で良く混合した後、温度100℃に設定した2軸混練機（PCM-30型、池貝鉄工製）にて混練分散を行った。得られた混練物を冷却し、ハンマーミルにて1mm以下に粗粉碎し、トナー製造用の粗砕物を得た。

【0097】得られたトナー粉碎原料を、実施例1と同様な装置システムを用いて粉碎及び分級を行った。衝突式気流粉碎機、粗粉分級機、第1段微粉分級機及び第2段微粉分級機は、実施例1と同様な装置を用いた。粉碎原料を29.0Kg/h r.の割合で供給し、重量平均粒径7.3 μ mの細粉を得、この細粉を32.0Kg/h r.の割合で分級点が2.9 μ mに設定されている第1段微粉分級機と分級点が4.2 μ mに設定されている第2段微粉分級機からなる多段微粉分級手段に導入し、重量平均粒径7.1 μ m、個数分布の変動係数Bが2

*くなった。尚、粗大融着物の発生は認められなかったが、1時間運転後衝突部材を点検したところ、原料衝突面にうっすらと粉碎物の融着物の層が付着しているのが確認された。

【0094】粉碎原料を23.0Kg/h r.の割合で供給し、重量平均粒径6.8 μ m、個数分布の変動係数Bが31.2%（粒径4.0 μ m以下の粒子を20.0個数%含有し、粒径8.0 μ m以上の粒子を12.8個数%含有する。）のブロードな粒度分布を有する中粉体を分級収率51.6%で得た。尚、得られた中粉体を用いて画像評価を行ったところカブリがかなり多く、良好な結果は得られなかった。

【0095】実施例5

実施例1と同様のトナー粉碎原料を用いて、同様の装置システムで粉碎及び分級を行った。衝突式気流粉碎機及び粗粉分級機は、実施例1と同様な装置を用い、第1段微粉分級機及び第2段微粉分級機はターボクラッシュファイアーTC-40（日清エンジニアリング社製）を使用した。粉碎原料を30.8Kg/h r.の割合で供給し、重量平均粒径6.7 μ mの細粉を得、この細粉を33.6Kg/h r.の割合で分級点が2.9 μ mに設定されている第1段微粉分級機と分級点が4.1 μ mに設定されている第2段微粉分級機からなる多段微粉分級手段に導入し、重量平均粒径7.3 μ m、個数分布の変動係数Bが26.1%（粒径4.0 μ m以下の粒子を8.5個数%含有し、粒径8.0 μ m以上の粒子を9.9個数%含有する）のシャープな分布を有する中粉体を分級収率74%で得た。尚、得られた中粉体を用いて画像評価を行ったところカブリは殆ど無く良好であった。

【0096】実施例6

100重量部

4.5重量部

4.0重量部

6.2%（粒径4.0 μ m以下の粒子を8.0個数%含有し、粒径8.0 μ m以上の粒子を10.2個数%含有する。）のシャープな分布を有する中粉体を分級収率68%で得た。尚、得られた中粉体を用いて画像評価を行ったところカブリは殆ど無く良好であった。

【0098】比較例4

実施例6と同様のトナー粉碎原料を用いて、同様の装置システムで粉碎及び分級を行なった。衝突式気流粉碎機として、図11に示した粉碎機を使用し、粗粉分級機、第1段微粉分級機及び第2段微粉分級機は実施例1と同様な装置を使用した。

【0099】粉碎原料を12.0Kg/h r.の割合で供給し、重量平均粒径6.8 μ mの細粉を得、この細粉を18.0Kg/h r.の割合で分級点が2.9 μ mに設定されている第1段微粉分級機と分級点が2.9 μ mに設定されている第2段微粉分級機からなる多段微粉分

級手段に導入し、重量平均粒径 $7.2\mu\text{m}$ 、個数分布の変動係数 B が 31.0% （粒径 $4.0\mu\text{m}$ 以下の粒子を 20.2% 個数%含有し、粒径 $8.0\mu\text{m}$ 以上の粒子を 12.6% 個数%含有する。）のブロードな粒度分布を有する中粉体を分級収率 51% で得た。尚、得られた中粉体について画像評価を行ったところ、カブリもかなり多く画像品質としては良好な結果が得られなかった。

【0100】

【効果】本発明のトナーの製造方法は、世の中に存在するトナー粒子ばかりではなく、究極の微粒子においても、シャープな粒度分布のトナーが高い粉碎効率及び高い分級収率で得られ、しかもトナーの融着、凝集、粗粒化の発生を防止し、トナー成分による装置内の摩耗を防ぎ、連続して安定した生産が行える利点がある。又、本発明のトナー製造方法を用いることにより、従来法に比べ、画像濃度が安定して高く、耐久性が良く、カブリ、クリーニング不良等の欠陥のない優れた所定の粒度を有する静電荷現像用トナーが低コストで得られる。更には、小さな粒子径特に $3\sim 8\mu\text{m}$ の静電荷現像用トナーを効果的に得ることが出来ると云う利点がある。

【0101】

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の製造方法を説明する為のフローチャート図。

【図2】本発明の製造方法を実施する為の装置システムの一具体例を示す概略図。

【図3】本発明における衝突式気流粉碎手段を実施する為の一具体例である粉碎装置の概略断面図。

【図4】図5における粉碎室の拡大断面図。

【図5】本発明を実施した他の衝突式気流粉碎機の概略断面図。

【図6】図5のA-A線における拡大断面図。

【図7】図5のB-B線における拡大断面図。

【0102】

【図8】本発明を実施した他の衝突式気流粉碎機の概略断面図。

【図9】図8のC-C線における拡大断面図。

【図10】従来の製造方法を説明する為のフローチャート図。

【図11】従来例の粉碎機を示す概略断面図。

【図12】従来例の粉碎機を示す概略断面図。

【図13】従来例の粉碎機を示す概略断面図。

【図14】従来例の粉碎機を示す概略断面図。

【0103】

【符号の説明】

- 1……粉体原料投入口
2……圧縮気体供給ノズル
3……加速管
4……衝突部材
5……排出口
6……粉碎室側壁
7……粉体原料
8……粉碎室

- 13……加速管出口
14……突出中央部

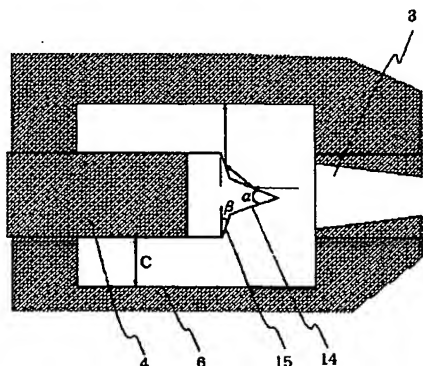
- 20 15……外周衝突面
21……加速管

- 22……加速管スロート部

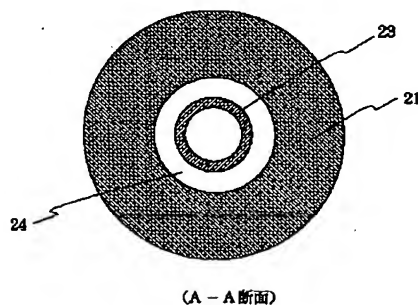
【0104】 23……高圧気体噴出ノズル

- 24……被粉碎物供給口
25……被粉碎物供給筒
26……高圧気体供給口
27……高圧気体チャンバー
28……高圧気体導入口
29……加速管出口
30……衝突部材
32……粉碎室側壁
33……粉碎物排出口
34……粉碎室
35……ラバルノズル
36……加速管スロート部
37……加速管出口

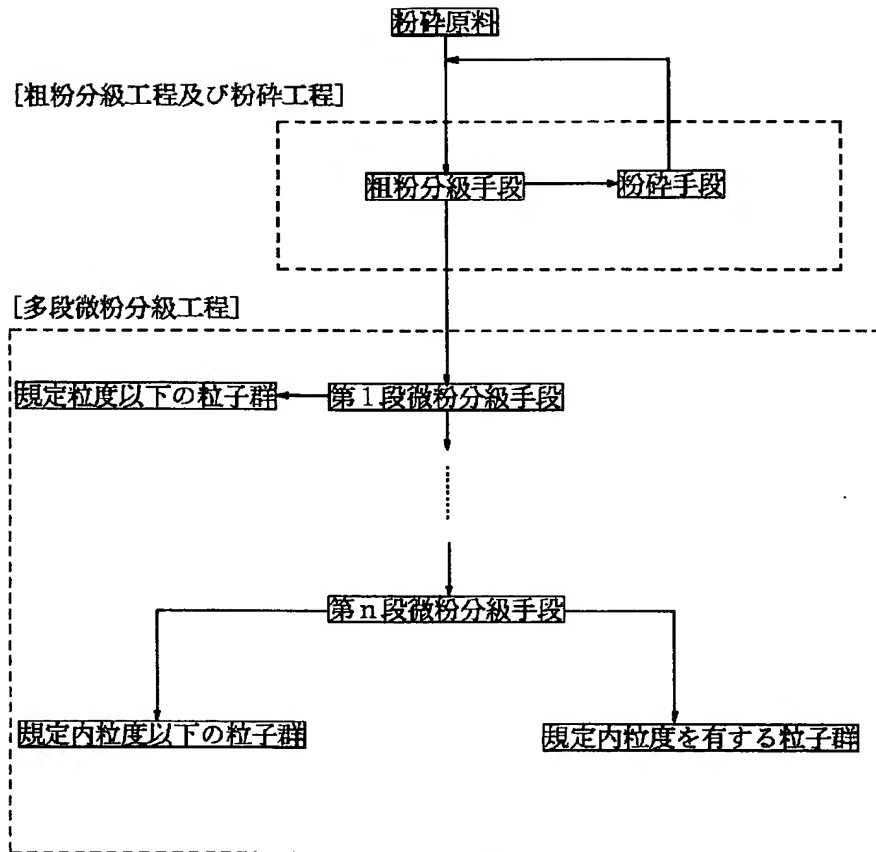
【図4】



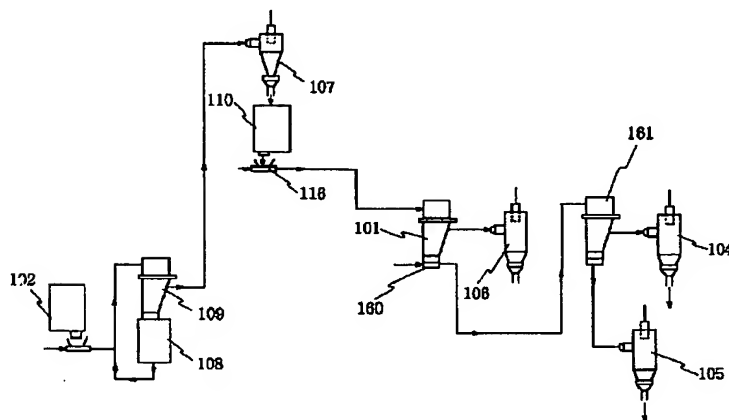
【図6】



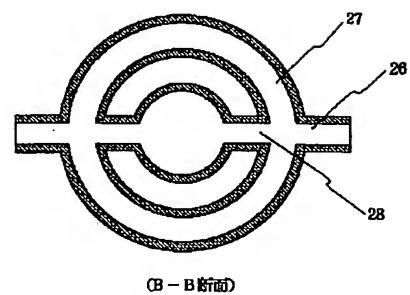
【図1】



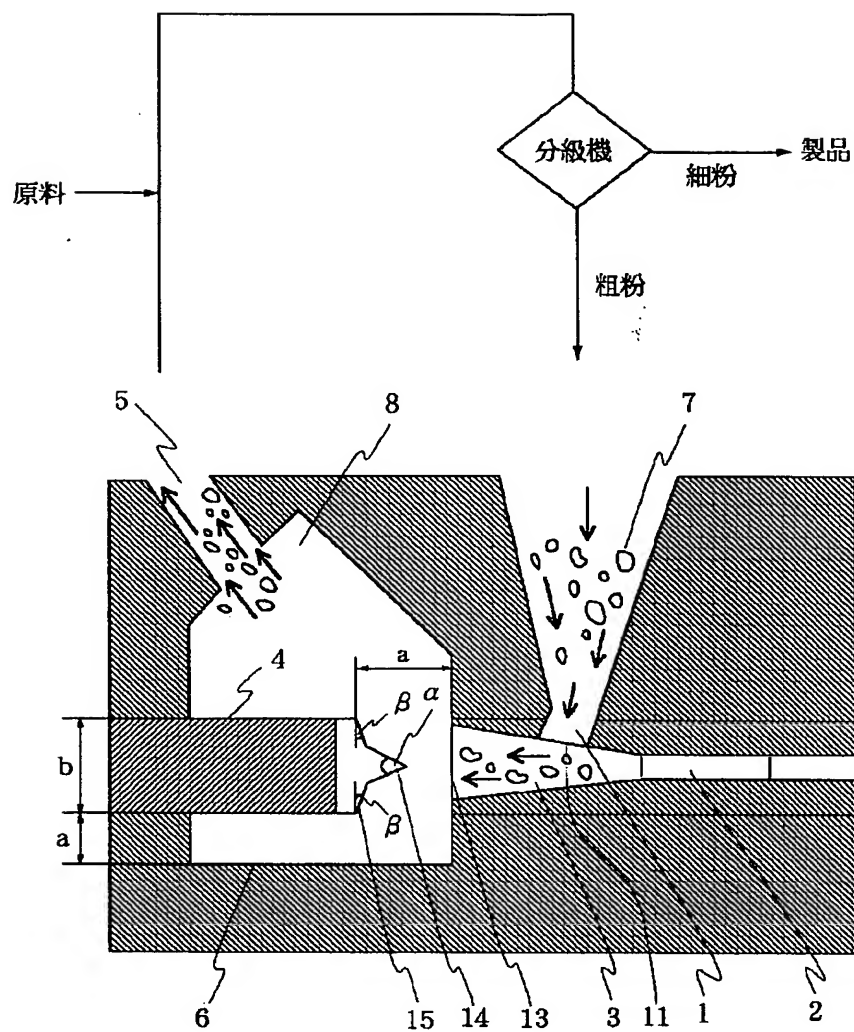
【図2】



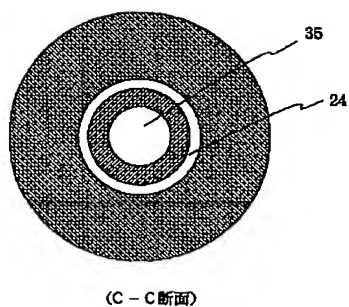
【図7】



【図3】

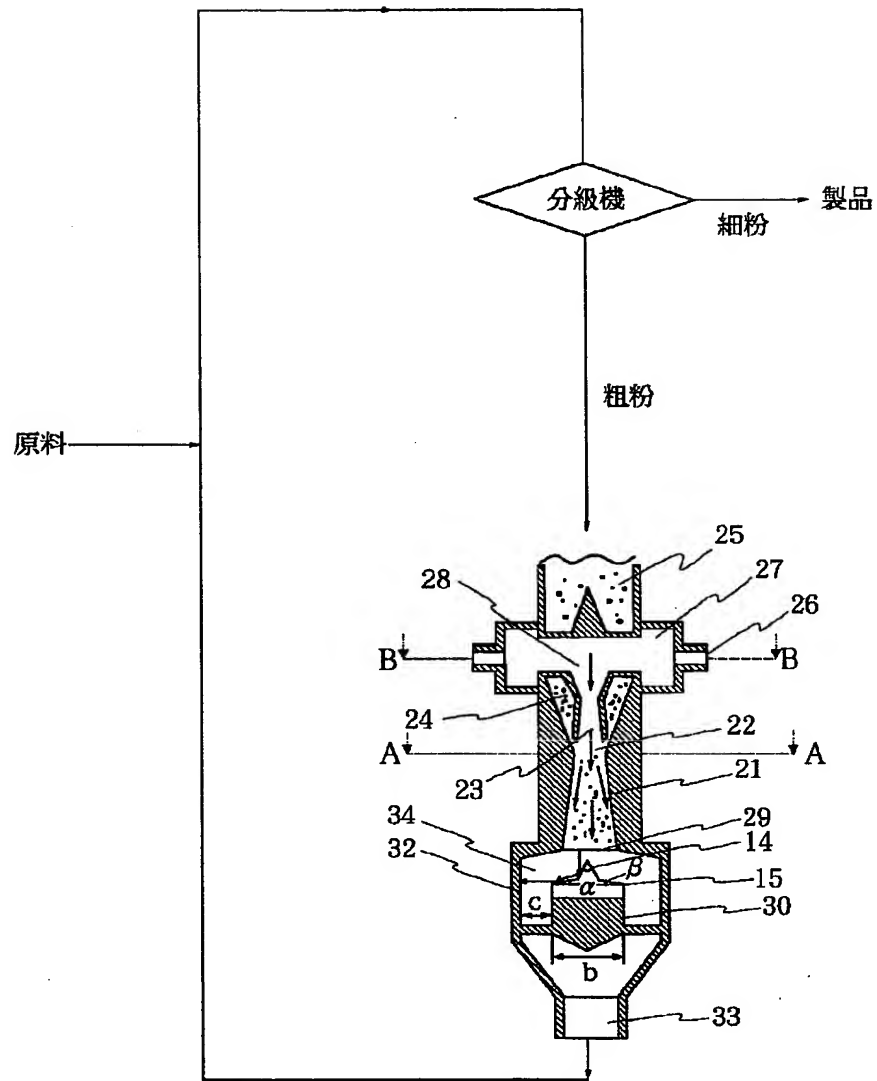


【図9】

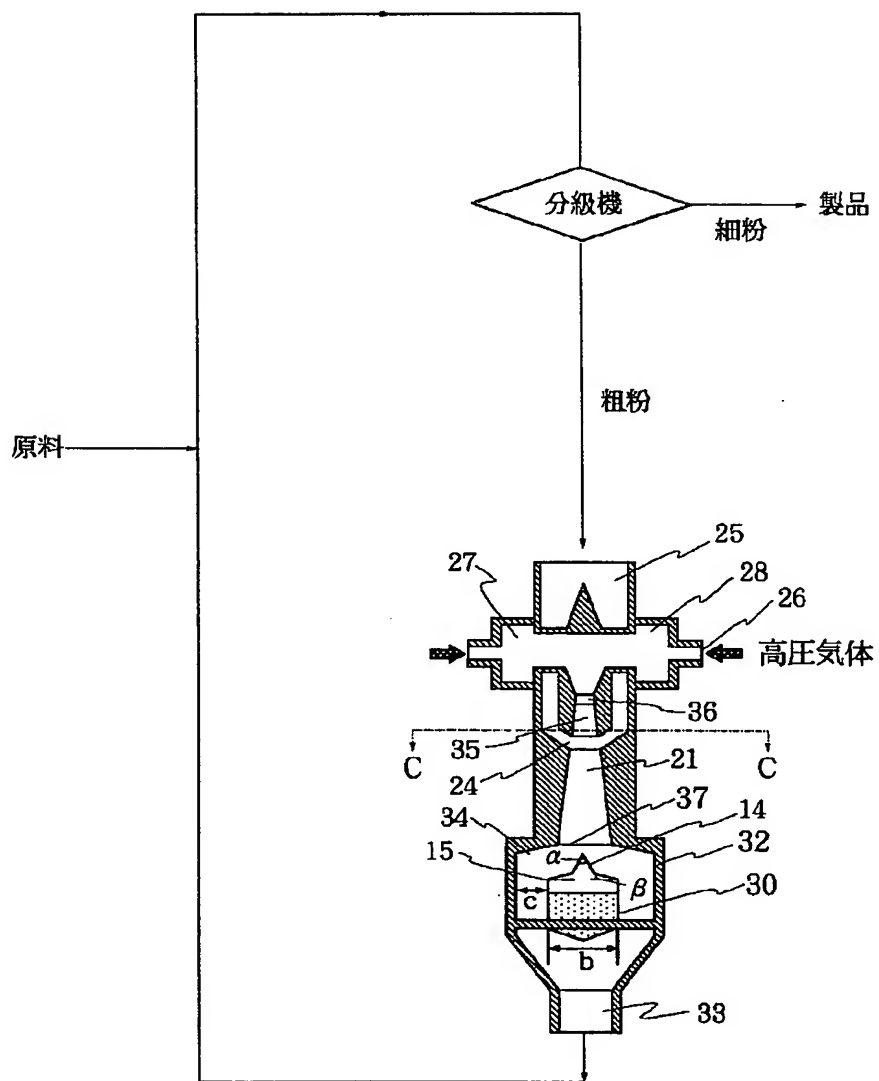


(C-C断面)

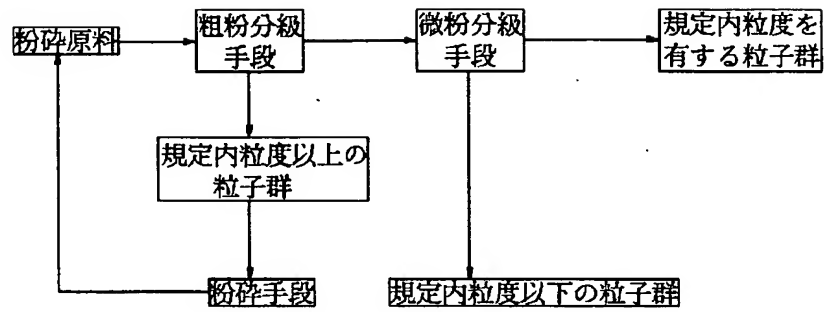
【図5】



【図8】

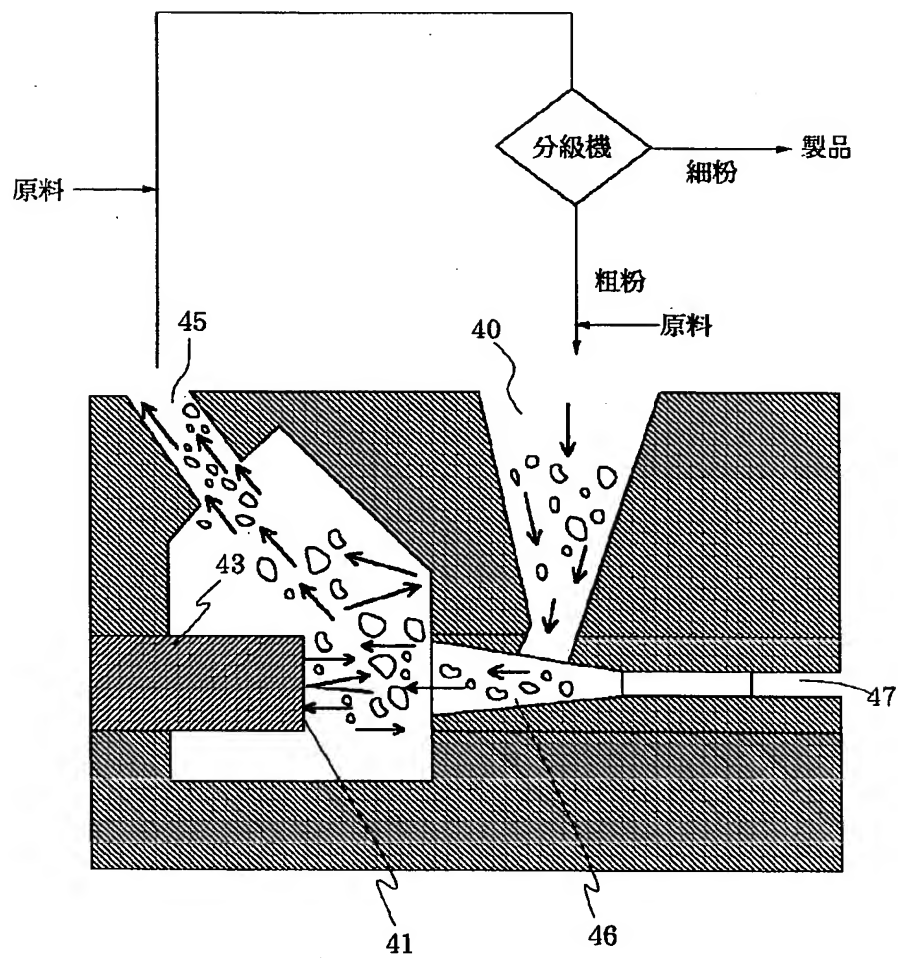


【図10】

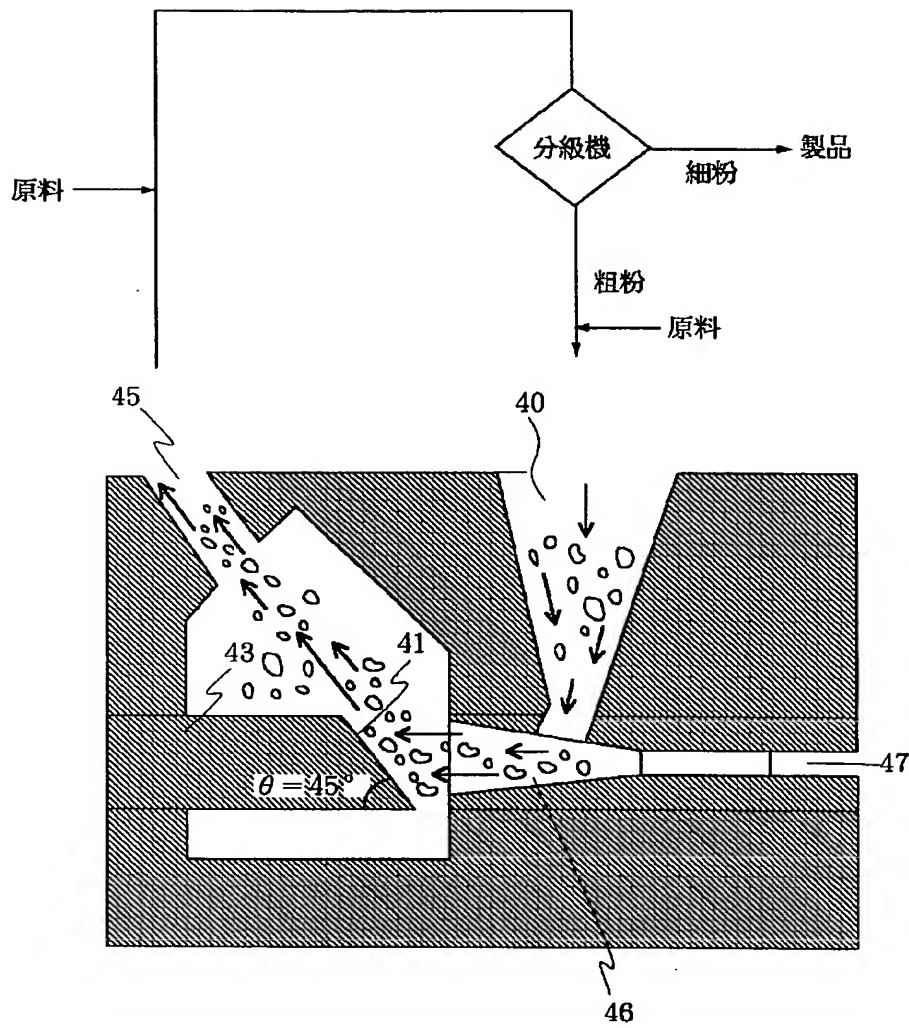


(従来例)

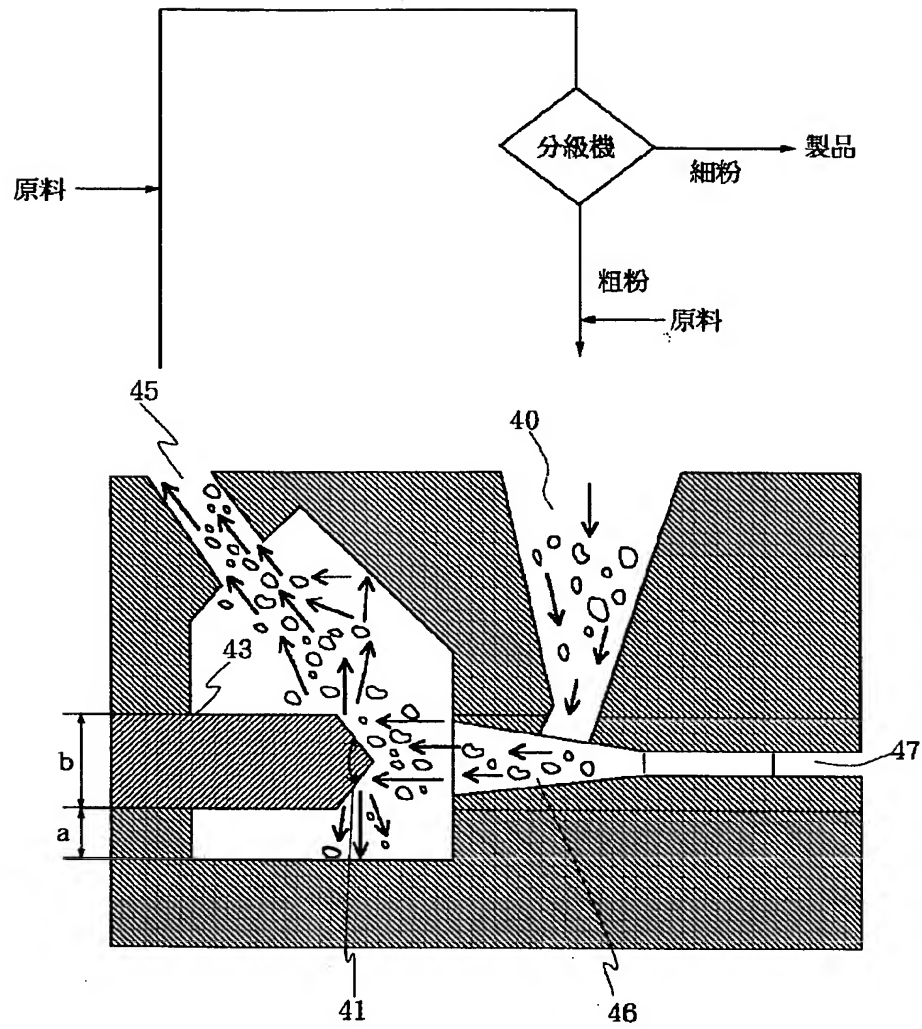
【図11】



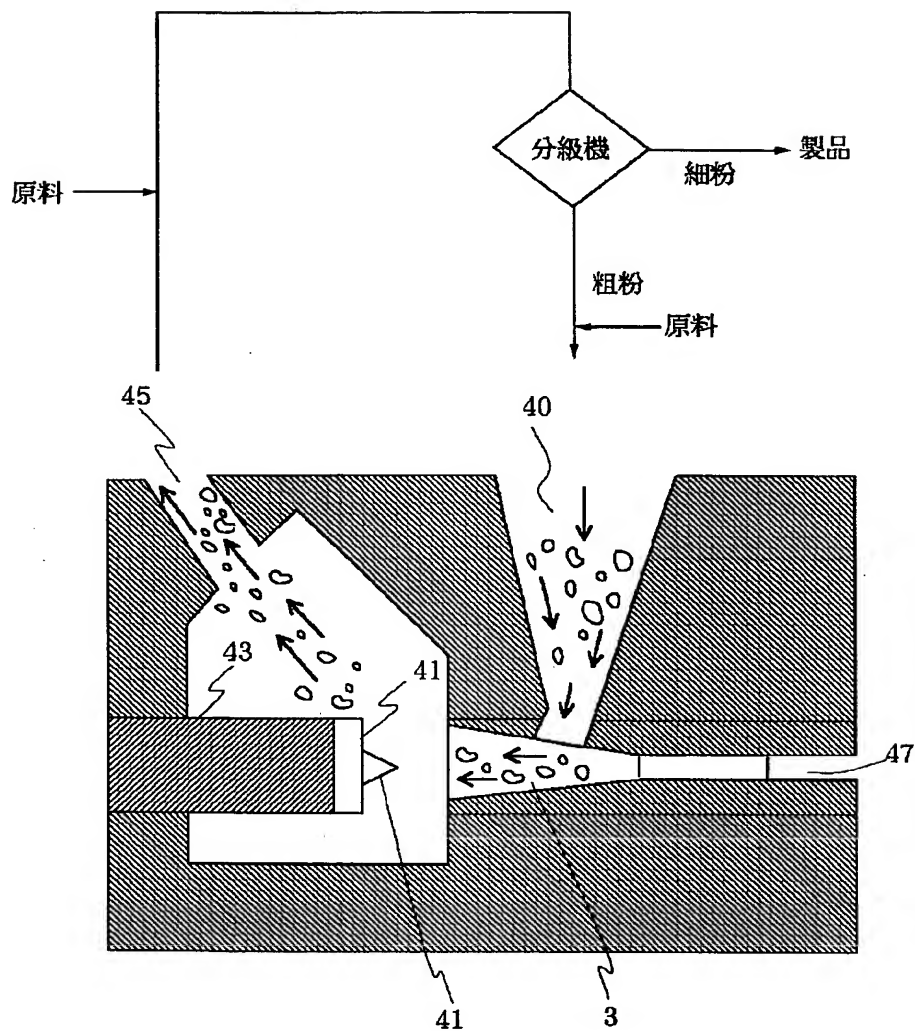
【図12】



【図13】



【図14】



フロントページの続き

(72)発明者 神田 仁志
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.